(9) BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND** 

## Offenlegungsschri**a**



**DEUTSCHES PATENTAMT**  **DE 3427674 A1** 

(51) Int. Cl. 3: A 61 K 7/06

P 34 27 674.2 (21) Aktenzeichen: Anmeldetag: 26. 7.84 Offenlegungstag: 7. 2.85

(3) Unionspriorität: (3) (3) (3) 30.07.83 GB 20603-83

(7) Anmelder: Dow Corning Ltd., London, GB

(74) Vertreter:

Spott, G., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Puschmann, H., Dipl.-Ing. (FH), Pat.-Anw., 8000 München

(72) Erfinder:

Fridd, Petrina Felicity, Northcliffe, Penarth, South Glamorgan, GB; Hill, Michael Philip Louis, Saint Bleddians, Saint Lythans, South Glamorgan, GB; Taylor, Rosemary Margaret, Barry, South Glamorgan, GB

(54) Haarbehandlungsmittel

Beschrieben wird ein Haarbehandlungsmittel aus (1) einem Silan oder einem Polydiorganosiloxan mit an Silicium gebundenen quaternären Ammoniumgruppen, (2) einem Polydiorganosiloxan mit siliciumgebundenen Substituenten, die aminosubstituierte Kohlenwasserstoffgruppen sind, (3) ein oder mehr oberflächenaktiven Mitteln und (4) Wasser. Diese Mittel können beispielsweise als Haarkonditionierungsmittel oder Shampoos formuliert sein.

**DE 3427674 A 1** 

MS-P 418

5

# DOW CORNING LIMITED 1 Aldwych London WC2R OHF, Großbritannien

15

10

Haarbehandlungsmittel

20

#### Patentansprüche

Haarbehandlungsmittel, gekennzeichnet durch einen Gehalt an

(1) einer Organosiliciumverbindung ausgewählt aus(a) Silanen der allgemeinen Formel

$$Q_3 SIRN^+(R')_3 X^-$$

30

worin Q jeweils eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, eine Hydroxylgruppe oder eine Alkoxygruppe oder Alkoxyalkoxygruppe mit weniger als 12 Kohlenstoffatomen bedeutet,

35

R eine zweiwertige aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen darstellt, die zusammengesetzt ist aus Kohlenstoff, Wasserstoff und gegebenenfalls Sauerstoff, welcher in

- Form von Etherbrücken und/oder Hydroxylgruppen vorhanden ist,
  - R' jeweils eine einwertige Kohlenwasserstoffgruppe mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen bedeutet und X ein Halogenatom ist, und
  - (b) Polydiorganosiloxanen, die im Molekül wenigstens eine siliciumgebundene Gruppe der allgemeinen Formel
- $-RN^{+}(R')_{3}X^{-}$

15

enthalten, worin R, R' und X wie oben definiert sind, wobei wenigstens 40 % der gesamten siliciumgebundenen Substituenten Methylgruppen sind und irgendwelche restliche Substituenten ausgewählt sind aus einwertigen Kohlenwasserstoffgruppen mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen, Hydroxylgruppen und Alkoxygruppen und Alkoxygruppen mit weniger als 12 Kohlenstoffatomen,

20 (2) einem Polydiorganosiloxan, das im Molekül wenigstens eine Gruppe der allgemeinen Formel

#### -SiR"NHR'''

enthält, worin R" eine Alkylengruppe mit 3 bis ein-25 schließlich 8 Kohlenstoffatomen ist und R''' ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe mit 1 bis einschließlich 4 Kohlenstoffatomen oder eine aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe bedeutet, die an das Stickstoffatom über eine Kohlenstoff-Stickstoff-Bindung gebunden 30 ist und wenigstens eine Gruppe ausgewählt aus den Gruppen -NH- und -NHZ enthält, worin Z ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist, wobei wenigstens 50 % der gesamten siliciumgebundenen Substituenten Methylgruppen sind und irgendwel-35 che restliche Substituenten ausgewählt sind aus einwertigen Kohlenwasserstoffgruppen mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen, Hydroxylgruppen und Alkoxygruppen und Alk-

- oxyalkoxygruppen mit weniger als 12 Kohlenstoffatomen,
  - (3) ein oder mehr oberflächenaktiven Mitteln und
  - (4) Wasser.
- Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Q jeweils ausgewählt ist aus Methyl-, Methoxy-, Ethoxy- und Methoxyethoxygruppen.
- 3. Mittel nach Anspruch l oder 2, dadurch ge10 kennzeichnet, daß X ein Chloratomist.
- 4. Mittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Gruppe -R''NHR''' ausgewählt ist aus -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>
  NH<sub>2</sub> und -CH<sub>2</sub>CHCH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>.
  - 5. Mittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeich net, daß die Komponenten (1) und (2) jeweils in einer Menge von 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht aus den Komponenten (1), (2), (3) und (4) in dem Mittel, vorhanden sind.
- 6. Mittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeich net, daß das oberflächenaktive Mittel ein kationisches oder nichtionisches oberflächenaktives Mittel ist.
- Mittel nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es als Haarkon-30 ditionierungsmittel formuliert ist.
  - 8. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es als Shampoo formuliert ist.

5

Die Erfindung bezieht sich auf ein Haarbehandlungsmittel, durch das das Haar besser handhabbar, geschmeidiger, weicher und schöner aussehend wird.

Seit einer Reihe von Jahren werden in Shampoos Zusätze verwendet, die eine Verbesserung des Zustands und Aussehens 10 des Haars nach dem Waschen ergeben. Es ist ferner auch bekannt, und zwar insbesondere im Zusammenhang mit Haarpflegemitteln für Damen, daß sich das Aussehen, der Zustand und die Handhabbarkeit des Haars verbessern läßt, wenn man das Haar unmittelbar nach dem Waschen mit einem Haarkonditionierungsmittel behandelt. Solche Haarkonditio-15 nierungsmittel beruhen im allgemeinen auf einem kationischen oberflächenaktiven Mittel in Verbindung mit bestimmten fettartigen Produkten, wie Mineralöl, Lanolin oder langkettigen Alkoholen, und diese Mittel machen das Haar glänzender, leichter auskämmbar und weniger empfänglich 20 gegenüber einem Auseinanderfliegen infolge einer statischen Aufladung.

Die neueren Mittel zur Pflege und Konditionierung des Haars enthalten auch Silicone. In GB-PS 992 087 wird ein Verfah-25 ren zur Behandlung des Haars unter Verwendung eines Mittels beschrieben, bei dem es sich um eine Öl-in-Wasser-Emulsion aus einem polymerisierten Organosiloxan handelt, wodurch sich Aussehen, Handhabbarkeit und Weichheit des Haars verbessern lassen. In GB-PS 1 158 139 wird ein Haar-30 festiger beschrieben, der Dimethylpolysiloxane, insbesondere cyclische Dimethylsiloxane, enthält, die einen Siedepunkt im Bereich von 170°C bis 265°C aufweisen. Die GB 2 058 103 A ist auf ein Haarkonditionierungsmittel gerichtet, das aus (a) etwa 0,2 bis etwa 10 Gew.-% eines Sili-35 conpolymers, (b) etwa 0,01 bis etwa 10 Gew.-% wenigstens eines kationischen Polymers und (c) einem wäßrigen Träger besteht.

In US-PS 4 185 087 wird ein Haarbehandlungsmittel beschrieben, das (A) etwa 0,1 bis etwa 10 Gew.-% eines quaternären Stickstoffderivats einer Trialkylaminohydroxyorganosiliciumverbindung, (B) etwa 75 bis etwa 99,9 Gew.-% Wasser und (C) etwa 0 bis etwa 30 Gew.-% eines oder mehrerer oberflächenaktiver Mittel enthält.

Die EP-OS 95 238 ist auf ein Haarbehandlungsmittel gerichtet, das im wesentlichen besteht aus einem Siloxan, welches Substituenten enthält, die für eine Haftung am Haar sorgen, wie Amino, Carboxy, Amid oder quaternäres Amino, oberflächenaktiven Mitteln, Zusätzen, die für eine Gefrier-Auftau-Stabilität sorgen, und Wasser.

- Die Haarpflegemittel wurden in letzter Zeit zwar sehr beachtlich weiterentwickelt, doch besteht immer noch die
  Möglichkeit, diese Mittel in bezug auf die Eigenschaften,
  welche dem mit ihnen behandelten Haar verliehen werden,
  weiter zu verbessern. Gleichzeitig mit einer Verbesserung
  des Glanzes des Haars möchte man beispielsweise auch erreichen, daß das Haar zugleich voller wird und sich vorzugsweise auch leichter im feuchten oder trockenen Zustand auskämmen läßt.
- Aufgabe der Erfindung ist daher die Schaffung eines neuen Haarbehandlungsmittels, das die an ein solches Mittel gestellten Bedingungen insgesamt besser erfüllt als die hierzu bekannten Mittel.
- Diese Aufgabe wird nun erfindungsgemäß gelöst durch ein Haarbehandlungsmittel, das gekennzeichnet ist durch einen Gehalt an
  - (1) einer Organosiliciumverbindung ausgewählt aus(a) Silanen der allgemeinen Formel

 $Q_3 SiRN^+(R')_3 X^-$ 

lenstoffatomen, eine Hydroxylgruppe oder eine Alkoxygruppe oder Alkoxyalkoxygruppe mit weniger als 12 Kohlenstoffatomen bedeutet,

> R eine zweiwertige aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen darstellt, die zusammengesetzt ist aus Kohlenstoff, Wasserstoff und gegebenenfalls Sauerstoff, welcher in Form von Etherbrücken und/oder Hydroxylgruppen vorhanden ist,

R' jeweils eine einwertige Kohlenwasserstoffgruppe mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen bedeutet und X ein Halogenatom ist, und

(b) Polydiorganosiloxanen, die im Molekül wenigstens eine siliciumgebundene Gruppe der allgemeinen Formel

### $-RN^+(R')_3X^-$

enthalten, worin R, R' und X wie oben definiert sind, wobei wenigstens 40 % der gesamten siliciumgebundenen Substituenten Methylgruppen sind und irgendwelche restliche Substituenten ausgewählt sind aus einwertigen Kohlenwasserstoffgruppen mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen, Hydroxylgruppen und Alkoxygruppen und Alkoxygruppen mit weniger als 12 Kohlenstoffatomen,

(2) einem Polydiorganosiloxan, das im Molekül wenigstens eine Gruppe der allgemeinen Formel

#### 30 = sir''NHR'''

5

10

15

20

25

35

enthält, worin R'' eine Alkylengruppe mit 3 bis einschließlich 8 Kohlenstoffatomen ist und R''' ein Wasserstoffatom, eine Alkylgruppe mit 1 bis einschließlich 4 Kohlenstoffatomen oder eine aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe bedeutet, die an das Stickstoffatom über eine Kohlenstoff-Stickstoff-Bindung gebun-

den ist und wenigstens eine Gruppe ausgewählt aus den Gruppen -NH- und -NHZ enthält, worin Z ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist, wobei wenigstens 50 % der gesamten siliciumgebundenen Substituenten Methylgruppen sind und irgendwelche restliche Substituenten ausgewählt sind aus einwertigen Kohlenwasserstoffgruppen mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen, Hydroxylgruppen und Alkoxygruppen und Alkoxyalkoxygruppen mit weniger als 12 Kohlenstoffatomen,

- (3) ein oder mehr oberflächenaktiven Mitteln und
- (4) Wasser.

Die Organosiliciumverbindung, die die Komponente (1) der 15 erfindungsgemäßen Mittel bildet, kann ein Organosilan oder ein Polydiorganosiloxan oder ein Gemisch aus beiden sein. In der allgemeinen Formel der Organosilane (a) bedeutet Q jeweils eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, eine Hydroxylgruppe oder eine Alkoxygruppe oder Alkoxyalk-20 oxygruppe mit weniger als 12 Kohlenstoffatomen. Vorzugsweise steht Q jeweils für Methyl, Methoxy, Ethoxy oder Methoxyethoxy. Die Gruppe R kann beispielsweise -(CH2)3-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CHCH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>- oder -(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>- sein, ist vorzugsweise jedoch -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>- oder -CH<sub>2</sub>CH·CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>-. R' kann beispielsweise jeweils Methyl, Ethyl, Propyl, Decyl, Te-25 tradecyl oder Octadecyl sein. Das Anion X kann Cl , Br oder I sein, ist vorzugsweise jedoch Cl.

In der allgemeinen Formel der Polydiorganosiloxane (b)

haben R, R' und X die oben im Zusammenhang mit der allgemeinen Formel der Silane angegebenen Bedeutungen. Die Polydiorganosiloxane sind lineare oder praktisch lineare Polymere, bei denen wenigstens 40 % der gesamten siliciumgebundenen Substituenten Methylgruppen sind. Alle sonstigen Substituenten, die zusätzlich zu den angegebenen quaternären Aminogruppen und Methylgruppen vorhanden sind, sind einwertige Kohlenwasserstoffgruppen mit 2 bis 8 Koh-

lenstoffatomen, wie Ethyl, Propyl, Vinyl oder Phenyl, Hydroxylgruppen, Alkoxygruppen, wie Methoxy, Ethoxy oder npropoxy, oder Alkoxyalkoxygruppen, wie Methoxyethoxy und Ethoxyethoxy. In Abhängigkeit von ihrem Molekulargewicht und dem Anteil an siliciumgebundenen quaternären Gruppen können die Polydiorganosiloxane freifließende Flüssigkeiten bis zu klebrige gummiartige Massen sein. Bevorzugt sind solche Polydiorganosiloxane (b), die bis zu etwa 800 Siliciumatome im Molekül enthalten. Vorzugsweise liegt auch der Anteil an Substituenten, die quaternäre Gruppen enthalten, im Bereich von 1 auf 500 Siliciumatome bis 1 auf ein Siliciumatom.

Die Organosiliciumverbindungen (1) sind bekannte Materialien und können beispielsweise gemäß GB-PS 1 117 592 und
GB 2 107 715 A hergestellt werden. Spezielle Beispiele für
Organosiliciumverbindungen (1) sind folgende

$$\begin{array}{c} \text{Me} \\ \text{(MeO)}_2 \text{Si} (\text{CH}_2)_3 \text{N}^+ \text{Me}_3 \text{Cl}^- \\ \text{(MeOCH}_2 \text{CH}_2 \text{O)} (\text{MeO)}_2 \text{Si} (\text{CH}_2)_3 \text{N}^+ \text{Me}_2 (\text{C}_{18} \text{H}_{37}) \text{Cl}^- \\ \text{(Me}_3 \text{SiO)}_3 \text{Si} (\text{CH}_2)_3 \text{N}^+ \text{Me}_2 (\text{C}_{13} \text{H}_{27}) \text{Cl}^- \\ \text{Me}_2 \text{PrSiCH}_2 \text{CH} \cdot \text{CH}_3 \text{CH}_2 \text{N}^+ \text{Me}_2 (\text{C}_{12} \text{H}_{25}) \text{Cl}^- \\ \end{array}$$

und

30

Hierin stehen Me, Ph und Pr für Methyl, Phenyl bzw. Propyl.

Die Polydiorganosiloxane (2) zeichnen sich dadurch aus, daß bei ihnen wenigstens eine aminohaltige Gruppe -SiR''NHR''' im Molekül vorhanden ist. In der allgemeinen Formel für diese Gruppe kann R'' beispielsweise -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>-,  $-(CH_2)_6$  - oder  $-(CH_2)_8$  - sein, wobei R'' jedoch vorzugsweise  $f\ddot{u}r - (CH_2)_3 - oder - CH_2CH(CH_3)CH_2 - steht.$  Der Substituent R''' kann Wasserstoff, Niederalkyl, wie Methyl, Ethyl 10 oder Propyl, oder eine aliphatische Kohlenwasserstoffgruppe sein, die wenigstens eine Gruppe ausgewählt aus den Gruppen -NH- und -NHZ enthält, worin Z obige Bedeutung hat. Beispiele für solche aliphatische Kohlenwasserstoffgruppen sind die Gruppen der Formel -YNH2, worin Y eine 15 zweiwertige Kohlenwasserstoffgruppe ist, wie -CH·CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>-, -(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub> oder -(CH<sub>2</sub>)<sub>5</sub>-, und Gruppen der Formel -(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>NH)<sub>a</sub>H, worin a eine ganze Zahl ist und vorzugsweise 1 oder 2 bedeutet. Polydiorganosiloxane, worin die Gruppen -R"NHR''' für -( $CH_2$ )<sub>3</sub>NH<sub>2</sub>, -( $CH_2$ )<sub>3</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub> und 20  $-CH_2CH \cdot CH_3CH_2NHCH_2CH_2NH_2$  stehen, sind normalerweise leichter verfügbar und daher bevorzugt. Im Polydiorganosiloxan (2) sind wenigstens 50 % der gesamten siliciumgebundenen Substituenten Methylgruppen, wobei alle zusätzlich zu den aminohaltigen Gruppen und den Methylgruppen vorhandenen 25 Substituenten einwertige Kohlenwasserstoffgruppen mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen, Hydroxylgruppen oder Alkoxygruppen oder Alkoxyalkoxygruppen mit weniger als 12 Kohlenstoffatomen sind. Beispiele für solche weitere Gruppen sind Ethyl, Propyl, 2,2,4-Trimethylphenyl, Methoxy, Eth-30 oxy und Methoxyethoxy.

Die Polydiorganosiloxane (2) können in ihrer Konsistenz von freifließenden Flüssigkeiten bis zu gummiartigen Feststoffen reichen, stellen vorzugsweise jedoch Polymere dar, die bis zu etwa 800 Siliciumatome im Molekül enthalten. Sie sind im allgemeinen bekannte und im Handel erhältliche Materialien.

Die erfindungsgemäßen Mittel enthalten wenigstens ein oberflächenaktives Mittel (3), das dazu dient, die Organosiliciumkomponenten (1) und (2) im wäßrigen Medium in dispergiertem Zustand zu halten. Die Art dieses oberflächenaktiven Mittels ist nicht kritisch, wobei jedoch ein kationisches oder nichtionisches oberflächenaktives Mittel bevorzugt ist. Beispiele für solche oberflächenaktive Mittel sind aliphatische Fettamine und ihre Derivate, wie Octadecylaminacetat und quaternäre Ammoniumhalogenide, Natriumlaurylsulfat, Ethylenoxidaddukte von Octyl- oder Nonylphenolen, wie Octylphenoxypolyethoxyethanol, Monoester aus Alkoholen und Fettsäuren, wie Glycerylstearat, Sorbitanmonolaurat und Polyoxyethylenmonostearat, und Polyvinylalkohol.

15

20

10

1

5

In Abhängigkeit von der Art und dem Verhältnis von quaternären Ammoniumgruppen zu Silan oder Siloxan in der Organosiliciumverbindung (1) kann das Silan (1) (a) oder das Polydiorganosiloxan (1) (b) wasserlöslich sein. In solchen Fällen dient das oberflächenaktive Mittel (3) als Emulgierungshilfsmittel, um das aminohaltige Polydiorganosiloxan (2) in dispergiertem Zustand zu halten.

Die Komponenten (1) und (2) des erfindungsgemäßen Mittels werden vorzugsweise in verhältnismäßig geringem Anteil ein-25 gesetzt, beispielsweise in einer Menge von etwa 0,025 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels. Am meisten bevorzugt sind solche Mittel, die etwa 0,05 bis etwa 5 Gew.-% an jeweils (1) und (2) enthalten, und zwar bezogen auf das Gesamtgewicht der Komponenten (1) bis (4). Die 30 oberflächenaktive Komponente ist in einer solchen Menge vorhanden, daß sich die gewünschte Stabilität der Dispersion ergibt, nämlich im allgemeinen in einer Menge von etwa 0,01 bis etwa 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht aus den Komponenten (1), (2), (3) und (4). Ein bevorzugtes 35 erfindungsgemäßes Mittel ist daher beispielsweise wie folgt zusammengesetzt:

1 0,05 bis 5,00 Gew.-% der Komponente (1) 0,05 bis 5,00 Gew.-% der Komponente (2) 0,01 bis 5,00 Gew.-% der Komponente (3) 85 bis 99,89 Gew.-% der Komponente (4).

5

10

15

20

25

30

Zusätzlich zu den oben angegebenen wesentlichen Bestandteilen können die erfindungsgemäßen Mittel auch noch andere Bestandteile enthalten, die bei solchen Mitteln herkömmlich und/oder günstig sind. Zu Beispielen für solche andere Bestandteile gehören Verdickungsmittel und Stabilisatoren, wie Carboxymethylcellulose, Hydroxypropylcellulose und Guargummi, Parfüme, Bakterizide, Lösungsmittel, Konservierungsmittel, trübmachende Mittel, Sequestrierungsmittel und herkömmliche Haarkonditionierungsmittel, wie Wachse, Öle und organische quaternäre Verbindungen. Weiter können die erfindungsgemäßen Mittel auch als Shampoos formuliert sein, indem man zum Waschen des Haars geeignete Waschmittel zusetzt, wie beispielsweise Waschmittel auf Basis von Fettalkoholen, wie Laurylalkohol und Myristylalkohol, oder auch Fettalkoholethoxylate. Einzelbeispiele für solche Waschmittel sind Natriumlaurylsulfat, Natriumlaurylethersulfat, Ammoniumlaurylsulfat und Triethanolaminlaurylsulfat. In Abhängigkeit von der Art des oberflächenaktiven Mittels (3) kann dieses gelegentlich auch sowohl die Funktion eines Dispergierhilfsmittels für das Silicon als auch einer Waschmittelkomponente für eine Shampooformulierung haben. Bei einer solchen Formulierung wird der Anteil an oberflächenaktivem Mittel (3) normalerweise gegenüber der Menge erhöht, die zur Erzielung einer Stabilität der Dispersion erforderlich ist, so daß dieser Anteil beispielsweise bis zu etwa 30 Gew.-% oder mehr des Gesamtgewichts aus den Komponenten (1), (2), (3) und (4) ausmacht.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Beispielen weiter beschrieben. Alle darin enthaltenen Teilangaben verstehen sich in Gew.-%, wobei die Abkürzung Me für die Methylgruppe steht.

#### Beispiel 1

Man setzt 1000 Teile eines hydroxylendständigen Polydimethylsiloxans, das eine dynamische Viskosität von etwa
4000 mm²/s hat, mit 7 Teilen H₂N(CH₂)₂NH(CH₂)₃Si(CH₃)(OCH₃)₂ um, und emulgiert das erhaltene Polymere (33 Teile) in 63,4 Teilen unter Verwendung von 3,3 Teilen eines Ethylenoxidaddukts von Trimethylnonanol (Emulsion A). Diese Emulsion (ein Teil) und das Silan (MeOCH₂CH₂)₂MeSi(CH₂)₃N⁺Me₂(C₁₃H₂γ)Cl (0,35 Teile) dispergiert man in Wasser (98,65 Teile), und mit der erhaltenen Dispersion behandelt man durch Eintauchen Strähnen aus natürlichem europäischem Haar. Das behandelte Haar wird einmal in Wasser von 25°C gespült und dann ausgekämmt. Der Kamm geht hierbei ohne Rupfen leicht durch das feuchte Haar.

Wird dieses Haar mit einem von Hand gehaltenen Haartrockner getrocknet, dann wirkt es voll und seidenartig im Griff, und es läßt sich leicht auskämmen.

Beispiel 2

20

Zur Herstellung eines Haarshampoos vermischt man folgende Bestandteile miteinander:

25 Empicol ESB 70 (Natriumlaurylethersulfat, 68 % (Gew./Gew.) in Wasser) 20,0 Teile
Perlmittel 5,5 Teile
Empilan 2125 (Linolsäurediethanolamid) 3,5 Teile
Natriumchlorid q.s.
30 Zitronensäure q.s.
Wasser auf 100 Teile

Diese Zusammensetzung versetzt man dann unter gründlicher Durchmischung mit 0,125 Teilen des Silans und 0,375 Teilen 35 der Emulsion A von Beispiel 1. Dieses Shampoo wird dann zum Waschen von Strähnen an natürlichem europäischem Haar verwendet. Nach einmaligem Spülen in kaltem Wasser wird das Haar unter Verwendung eines herkömmlichen, von Hand

gehaltenen Haartrockners getrocknet. Das so behandelte
Haar besitzt dann Fülle und Körper. Es läßt sich in trockenem Zustand auch leicht auskämmen, dies jedoch nicht ganz
so gut wie die gemäß Beispiel 1 behandelten Strähnen.

#### Beispiel 3

10

Zur Herstellung eines Haarshampoos vermischt man folgende Bestandteile miteinander:

Empicol ESB 70 (Natriumlaurylethersulfat, 68 % (Gew./Gew.) in Wasser) 20,0 Teile 5,5 Teile Empicol 0627 (Perlmittel) Empilan 2125 (Linolsäurediethanolamid) 3,5 Teile 15 1,0 Teile NaCl Wasser 68,65 Teile Quaternäres Siloxan (1) 0,35 Teile Aminosiloxan (2) 1,00 Teile

- Das quaternäre Siloxan wird hergestellt durch Umsetzung des Silans Me(OMe)<sub>2</sub>Si(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>N<sup>+</sup>Me<sub>2</sub>(C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>)Cl<sup>-</sup>
  (2 Mol) mit einem silanolendständigen Polydimethylsiloxan, das etwa 10 Dimethylsiloxaneinheiten enthält.
  (1 Mol).
- 25 (2)
  37 gew.-%-ige wäßrige Emulsion aus einem trimethylsiloxyendständigen Copolymerisat, das im Mittel pro
  Molekül 98 Einheiten Me<sub>2</sub>SiO und 2 Einheiten
  MeSiCH<sub>2</sub>CH.CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub> enthält (Emulsion B).
- Die Emulsion wird hergestellt unter Verwendung eines Ethylenoxidaddukts von Trimethylnonanol (2 %) und eines Octylphenoxypolyethoxyethanols (4 %) als Emulgierungsmittel.
- Zu Vergleichszwecken wird auch eine Kontrollformulierung hergestellt, die bis auf das Weglassen der beiden Siloxane mit der obigen Formulierung identisch ist.

Mit diesem Shampoo wäscht man dann mit warmem Wasser Strähnen an natürlichem brünettem europäischem Haar. Nach einmaligem Spülen in kaltem Wasser werden die Strähnen ausgekämmt und dann unter Verwendung eines herkömmlichen Warmlufttrockners getrocknet. Das Verhalten beim Auskämmen der Strähnen vor und nach dem Trocknen wird aufgezeichnet. Ferner zeichnet man auch das Aussehen des Haars nach dem Trocknen und dessen Neigung zu einer statischen Aufladung auf.

10

		Auskämmbar- keit in feuchtem Zu- stand	Auskämmbar- keit in trockenem Zustand	Statische Aufladung *	Erschei- nung
15	Kontrolle	schwierig	schwierig	300 %	normal
	Erfindungs- gemäßes Shampoo	ausrei- chend	leicht	150 %	seiden- artig

\* Die statischen Eigenschaften werden durch Vergleich der 20 Spreizwinkel der Enden der trockenen Strähnen vor und nach dem Auskämmen gemessen.

Zusätzlich zu einer allgemeinen Verbesserung der oben angeführten Eigenschaften weist das mit dem siloxanhaltigen Shampoo behandelte Haar auch noch mehr Körper (Fülle und Volumen) auf.

#### Beispiel 4

30 Durch Vermischung der folgenden Bestandteile werden drei Haarkonditionierungsmittel hergestellt:

1		x	Y F	Kontrolle A	·Kont	rolle B
5	Polawax GP200 (nichtionisches selbstemulgieren- des Wachs)	5,0	: 5 <b>,</b> 0	5,0	5,0	Teile
	Wasser	94,66	94,66	94,8	93,5	Teile
10	Quaternäres Si <sub>(1)</sub> loxan  Emulsion B (2)  Emulsion A (3)	0,20 0,14	0,20 - 0,14	0,20	1,5	Teile Teile Teile
	(1) und (2): Wie bei Beisp		peschrieben und	verwendet	 <b>t.</b>	

Die obigen Zusammensetzungen werden als Konditionierungsmittel zur Behandlung von Strähnen an natürlichem brünettem
europäischem Haar verwendet, wie dies in Beispiel 1 beschrieben ist. Das behandelte Haar wird ausgekämmt, getrocknet und erneut ausgekämmt, wobei man das Verhalten
beim Auskämmen, die statischen Eigenschaften und das Aussehen entsprechend aufzeichnet.

15

20

25		Auskämmbar- keit in feuchtem Zustand	Auskämmbar- keit in trockenem Zustand	Statische Aufladung	Erschei- nung
	Kontrolle A	leicht	ausreichend	250 %	etwas trocken
	Kontrolle B	sehr leicht	leichtes Rupfen	200 %	seiden- artig
30	Х	sehr leicht	leicht	0 .8 .	seiden- artig
	Y	sehr leicht	leicht	0 %	seiden- artig

Die mit den Zusammensetzungen X und Y behandelten Strähnen verfügen in trockenem Zustand über Fülle und Körper. Im Gegensatz dazu zeigen die mit den Kontrollzusammensetzungen behandelten Locken diese Eigenschaften nicht.

## This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

#### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

#### IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

☐ OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.